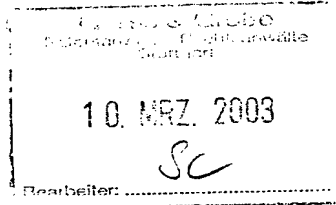


Deutsches Patent- und Markenamt · 80297 München

Aktenzeichen: 199 43 491.3 -41  
Ihr Zeichen: 15 593  
Anmelder-nr.: 3311468  
Südzucker AG Mannheim/Ochsenfurt

Patent- und Rechtsanwaltskanzlei  
Gleiss & Große  
Leitzstr. 45

70469 Stuttgart



024335 C.  
24.02.03

Bitte Aktenzeichen und Anmelder bei  
allen Eingaben und Zahlungen angeben

Zutreffendes ist angekreuzt ☒ und/oder ausgefüllt

|             |          |
|-------------|----------|
| FRIST:      | 10.07.03 |
| VORFRISTEN: | 10.05.03 |
| AKTE:       | NOT:     |

Prüfungsantrag, Einzahlungstag am 13. September 1999

Eingabe vom

eingegangen am

Die weitere Prüfung der oben genannten Patentanmeldung hat zu dem nachstehenden Ergebnis geführt.

Zur Äußerung wird eine Frist von

**4 Monat(en)**

gewährt, die mit der Zustellung beginnt.

Für Unterlagen, die der Äußerung gegebenenfalls beigelegt werden (z.B. Beschreibung, Beschreibungsteile, Patentansprüche, Zeichnungen), sind je zwei Ausfertigungen auf gesonderten Blättern erforderlich. Die Äußerung selbst wird nur in einfacher Ausfertigung benötigt.

Werden die Beschreibung, die Patentansprüche oder die Zeichnungen im Laufe des Verfahrens geändert, so hat der Anmelder, sofern die Änderungen nicht vom Deutschen Patent- und Markenamt vorgeschlagen sind, im Einzelnen anzugeben, an welcher Stelle die in den neuen Unterlagen beschriebenen Erfindungsmerkmale in den ursprünglichen Unterlagen offenbart sind.

In diesem Bescheid sind folgende Entgegenhaltungen erstmalig genannt (bei deren Nummerierung gilt diese auch für das weitere Verfahren):

- (1) EP 28 905 A1
- (2) DE 196 39 343 A1
- (3) DE 196 15 418 A1
- (4) WO 92/10168 A1

### Hinweis auf die Möglichkeit der Gebrauchsmusterabzweigung

Der Anmelder einer mit Wirkung für die Bundesrepublik Deutschland eingereichten Patentanmeldung kann eine Gebrauchsmusteranmeldung, die den gleichen Gegenstand betrifft, einreichen und gleichzeitig den Anmeldetag der früheren Patentanmeldung in Anspruch nehmen. Diese Abzweigung (§ 5 Gebrauchsmustergesetz) ist bis zum Ablauf von 2 Monaten nach dem Ende des Monats möglich, in dem die Patentanmeldung durch rechtskräftige Zurückweisung, freiwillige Rücknahme oder Rücknahmefiktion erledigt, ein Einspruchsverfahren abgeschlossen oder - im Falle der Erteilung des Patents - die Frist für die Beschwerde gegen den Erteilungsbeschluss fruchtlos verstrichen ist. Ausführliche Informationen über die Erfordernisse einer Gebrauchsmusteranmeldung, einschließlich der Abzweigung, enthält das Merkblatt für Gebrauchsmusteranmelder (G 6181), welches kostenlos beim Deutschen Patent- und Markenamt und den Patentinformationszentren erhältlich ist.

Annahmestelle und  
Nachtbriefkasten

nur  
Zweibrückenstraße 12

Hauptgebäude  
Zweibrückenstraße 12  
Zweibrückenstraße 5-7 (Breiterhof)  
Markenabteilungen:  
Cincinnatistraße 64  
81534 München

Hausadresse (für Fracht)  
Deutsches Patent- und Markenamt  
Zweibrückenstraße 12  
80331 München

Telefon (089) 2195-0  
Telefax (089) 2195-2221  
Internet: <http://www.dpma.de>

Bank:  
BBk München  
Kto.Nr.: 700 010 54  
BLZ: 700 000 00

P 2401.1  
08.00  
05/01

S-Bahnanschluss im  
Münchner Verkehrs- und  
Tarifverbund (MVV):



Zweibrückenstr. 12 (Hauptgebäude)  
Zweibrückenstr. 5-7 (Breiterhof)  
S1 - S8 Haltestelle Isartor

Cincinnatistraße:  
S2 Haltestelle Fasangarten  
Bus 98 / 99 (ab S-Bahnhof Giesing) Haltestelle Cincinnatistraße





REC'D 27 NOV 2000

WIPO

PCT

EP 00/08832

**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung  
einer Patentanmeldung**

**Aktenzeichen:** 199 43 491.3

**Anmeldetag:** 10. September 1999

**Anmelder/Inhaber:** SÜDZUCKER AKTIENGESELLSCHAFT,  
Mannheim/DE

**Bezeichnung:** Verbesserte Komprimat

**IPC:** A 61 K, A 23 L, C 07 H

**Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ur-  
sprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.**

München, den 28. September 2000  
**Deutsches Patent- und Markenamt**  
**Der Präsident**  
Im Auftrag

**PRIORITY  
DOCUMENT**

SUBMITTED OR TRANSMITTED  
IN COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

  
Dzierzon

Dr. jur. Alf-Olav Gleiss, Dipl.-Ing. PA  
Rainer Große, Dipl.-Ing. PA  
Dr. Andreas Schrell, Dipl.-Biol. PA  
Dr. Frhr. v. Uexküll, Dipl.-Chem. PA  
Torsten Armin Krüger RA  
Dr. Wilhelm Heuer, Dipl.-Phys. PA\*  
Torsten Bettinger, LL.M. RA

PA: Patentanwalt  
European Patent Attorney  
European Trademark Attorney  
RA: Rechtsanwalt, Attorney-at-law

D-70469 STUTTGART  
MAYBACHSTRASSE 6A  
Telefon: +49(0)711 81 45 55  
Telefax: +49(0)711 81 30 32  
Telex: 72 27 72 jura d  
e-mail: jurapat@aol.com

D-80469 MÜNCHEN\*  
MORASSISTRASSE 20  
Telefon: +49(0)89 21578080  
Telefax: +49(0)89 21578090  
e-mail: GGpat@aol.com

In cooperation with  
Shanghai Hua Dong Patent Agency  
Shanghai, China

---

**Patentanmeldung**

---

**Verbesserte Komprimat**

---

**SÜDZUCKER AKTIENGESELLSCHAFT**  
Mannheim/Ochsenfurt  
Maximilianstraße 10

**68165 MANNHEIM**

# Gleiss & Große

Patentanwälte Rechtsanwälte  
München Stuttgart

## Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines Komprimates aus Isomaltulose, Isomalt und Isomalt-Varianten sowie die mittels dieses Verfahrens hergestellten Komprimate.

Komprimate sind aus zusammengepreßten Bestandteilen bestehende Genuß-, Arznei- oder auch Nahrungsmittel. Komprimate enthalten dementsprechend im allgemeinen ein Träger- oder Verdünnungsmittel, Bindemittel, Trenn- oder Gleitmittel sowie die aktiven Wirkstoffe, wie Geschmacksstoffe, Arzneistoffe oder Süßungsmittel. Als Träger- beziehungsweise Verdünnungsmittel wird häufig Saccharose, Lactose, Glucose, Stärke oder Mannit verwendet.

Die EP-B1 0 028 905 offenbart Isomaltulose enthaltende Tabletten und Verfahren zu deren Herstellung. Die Druckschrift offenbart eine vorteilhafte Verwendung von Isomaltulose als Verdünnungsmittel für die Komprimatherstellung, da Isomaltulose direkt ohne Bindemittel und ohne kontrollierte Granulierung verpreßt werden könne. Gemäß dieser Druckschrift wird direkt aus der enzymatischen Umwandlung von Saccharose zu Isomaltulose hergestellte kristallisierte Isomaltulose für die Tablettierung verwendet.

Die DE 196 39 343 C2 offenbart Isomalt und Isomalt-Varianten enthaltende Komprimate. Die Herstellung der Komprimate erfolgte durch einfaches Verpressen der Einzelkomponenten ohne eine spezielle mechanische und/oder chemische Behandlung der Einzelkomponenten vorzusehen.

Aus der EP-A1 0 625 578 gehen Isomalt-Varianten hervor, jedoch keine Komprimate, die diese Süßungsmittel enthalten.

Die im Stand der Technik bekannten Isomaltulose-, Isomalt- und Isomalt-Varianten-haltigen Komprimate zeichnen sich allesamt durch die Notwendigkeit aus, vergleichsweise hohe Preßdrücke bei der Komprimat-Herstellung einzusetzen, wobei vergleichsweise nur geringe Tablettenhärten erzielt werden können. Zudem sind die Komprimate des Standes der Technik hinsichtlich ihrer sensorischen Eigenschaften verbesserungsfähig, zeigen zum Beispiel Rauigkeit beim Zerbeißen sowie nachteiliges Bruchverhalten und ein verbesserungsfähiges Ablutschverhalten.

Das der vorliegenden Erfindung zugrundeliegende technische Problem besteht also darin, ein Verfahren zur Herstellung von Komprimaten aus Isomaltulose, Isomalt oder Isomalt-Varianten bereitzustellen, welches die vorgenannten Nachteile beseitigt, insbesondere unter Verwendung möglichst niedriger Preßdrücke Komprimate großer Härte herzustellen, die sich durch verbesserte sensorische Eigenschaften und ein verbessertes Bruchverhalten auszeichnen.

Die vorliegende Erfindung löst das ihr zugrundeliegende technische Problem durch die Bereitstellung eines Verfahrens zur Herstellung eines Komprimates aus Isomaltulose, Isomalt oder Isomalt-Varianten, wobei in einem ersten Verfahrensschritt die Isomaltulose, das Isomalt und/oder die Isomalt-Variante trocken gemahlen, in einem zweiten Verfahrensschritt gleichzeitig oder nach dem ersten Verfahrensschritt eine gemahlene Fraktion Isomaltulose, Isomalt oder Isomalt-Varianten mit einem Partikeldurchmesser  $d_{90}$  von maximal 100  $\mu\text{m}$  ( $d_{90} = 90\%$  der Partikel mit erforderlichem Durchmesser) erhalten oder abgetrennt, in einem dritten Verfahrensschritt die abgetrennte gemahlene Fraktion unter Zusatz eines flüssigen Bindemittels agglomeriert und anschließend in einem vierten Verfahrensschritt das Agglomerat zu einem Komprimat verpreßt wird. Die Erfindung löst das ihr zugrundeliegende technische Problem auch durch die Bereitstellung eines gemäß des vorliegenden Verfahrens hergestellten Komprimates und Agglomerats.

Die Erfindung sieht also vor, daß aus einem oder mehreren der Edukte Isomaltulose, Isomalt oder Isomalt-Variante ein Komprimat hergestellt wird, indem eines oder mehrerer der Edukte trocken gemahlen wird, wobei entweder nach oder während des Mahlens eine Fraktion abgetrennt und gewonnen wird, deren Partikelgröße maximal 100  $\mu\text{m}$  beträgt. Die erfindungsgemäße Einstellung der Primärkornverteilung erweist sich dabei als von großer Bedeutung. Das Vermahlen wird vorzugsweise in einer Sichter- oder Mühle beziehungsweise einer Kombination von Mühle und nachgeschaltetem Sieb durchgeführt. Die erhal-

tene Fraktion wird unter Zusatz eines flüssigen Bindemittels agglomeriert und kann anschließend nach Zugabe weiterer Komponenten, wie zum Beispiel Aromen, Preßhilfsmittel, und andere, direkt verpreßt werden. Mittels des erfindungsgemäßen Verfahrens können preßfertige Mischungen hergestellt werden, die sich zu Komprimaten verarbeiten lassen, die zu einer vorteilhaften erheblichen Reduktion der Preßkraft führen und die daraus resultierenden Komprimata gleichzeitig eine sehr gute Bruchkraft bei gleichzeitig verbesserten sensorischen Eigenschaften aufweisen. Die erfindungsgemäße Verfahrensweise ermöglicht es also, deutlich niedrigere Preßkräfte als im Stand der Technik zu verwenden, um ausreichend harte Tabletten zu erhalten. Die direkt verpreßbaren Mischungen zeigen eine verbesserte Fließfähigkeit und einen geringeren Staubanteil. Dieses führt zu einer besseren Verarbeitbarkeit und einer Verringerung des Maschinenverschleißes sowie einer Erhöhung der Tablettierleistung.

Die Agglomerate zeichnen sich im allgemeinen durch eine gute Fließfähigkeit und gute selbstbindende Eigenschaften aus, die ein Verkleben an einer Presse weitgehend oder ganz unmöglich machen. Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung wird unter einem Komprimat ein aus zusammengepreßten Bestandteilen bestehendes Genuß-, Arznei- oder Nahrungsmittel verstanden. Ein Komprimat im Sinne der vorliegenden Erfindung ist zum Beispiel eine Tablette. Komprimata können Hilfs- und Zusatzstoffe, wie Schmiermittel, Binder, Verdünnungsmittel sowie Aromastoffe, Geschmacksstoffe, Trennmittel, Farbstoffe, Säuerungsmittel, Vitamine, Functional



Foods, Süßungsmittel und/oder Arzneistoffe enthalten.

Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung wird unter Isomalt ein auch unter dem Namen Palatinit® bekanntes nahezu äquimolares Gemisch der beiden Stereoisomere 6-O- $\alpha$ -D-Glucopyranosyl-D-sorbit (1,6-GPS) und 1-O- $\alpha$ -D-Glucopyranosyl-D-mannit (1,1-GPM) verstanden. Unter dem Begriff Isomalt-Varianten werden 1,6-GPS- und 1,1-GPM-haltige Gemische verstanden, die sich beispielsweise durch von Isomalt abweichende Mengenverhältnisse von 1,1-GPM zu 1,6-GPS auszeichnen und/oder weitere Zuckeralkohole wie 1,1-GPS (1-O- $\alpha$ -D-Glucopyranosyl-D-sorbit) enthalten. Derartige Gemische gehen beispielsweise aus der EP-A1 0 625 578 hervor, die hinsichtlich der quantitativen und qualitativen Zusammensetzung der 1,1-GPM- und 1,6-GPS-haltigen Zuckeralkoholgemische und Verfahren zu deren Herstellung in den Offenbarungsgehalt der vorliegenden Anmeldung mit einbezogen ist. Isomalt-Varianten können daher beispielsweise Gemische aus 10 bis 50 Gew.-% 1,6-GPS, 2 bis 20 Gew.-% 1,1-GPS und 30 bis 70 Gew.-% 1,1-GPM oder Gemische aus 5 bis 10 Gew.-% 1,6-GPS, 30 bis 40 Gew.-% 1,1-GPS und 45 bis 60 Gew.-% 1,1-GPM darstellen. Gemäß des Vorstehenden können Isomalt-Varianten auch 1,6-GPS- oder 1,1-GPM-angereicherte Gemische darstellen, also Gemische, wie sie in der DE 195 32 396 C2 beschrieben sind, die hinsichtlich der quantitativen und qualitativen Zusammensetzung der dort beschriebenen Gemische und Verfahren zu deren Herstellung in den Offenbarungsgehalt der vorliegenden Anmeldung mit einbezogen ist. 1,6-GPS angereicherte Gemische zeichnen sich

durch einen 1,6-GPS-Anteil von 57 bis 99 Gew.-% und einen 1,1-GPM-Anteil von 43 bis 1 Gew.-% aus, während sich 1,1-GPM-haltige Gemische durch einen 1,6-GPS-Anteil von 1 bis 43 Gew.-% und einen 1,1-GPM-Anteil von 57 bis 99 Gew.-% auszeichnen. Selbstverständlich können die vorgenannten Isomalt-Varianten oder das Isomalt weitere Stoffe wie Mannit, Sorbit, hydrierte oder nicht-hydrierte Oligosaccharide sowie gegebenenfalls Glucose, Fructose und/oder Saccharose, Trehalulose oder Isomaltose enthalten.

Die Erfindung sieht also vor, daß nach einem ersten Verfahrensschritt das Edukt, nämlich Isomaltulose, Isomalt oder/und die Isomalt-Variante trocken gemahlen wird. Dies kann in bevorzugter Ausführungsform der Erfindung in einer Sichtertermühle beziehungsweise Kombination von Mühle und nachgeschaltetem Siebter geschehen. Selbstverständlich sieht die Erfindung auch vor, die eingesetzten Edukte auf die erforderliche Partikelgröße mittels anderer Maßnahmen als Vermahlen zu bringen, beispielsweise durch Zerstampfen. Beim Vermahlen können bereits Hilfs- und Zusatzstoffe hinzugegeben werden, bevorzugt in einer Menge bis zu 30 Gew.-% (bezogen auf Gesamttrockensubstanz).

Die Erfindung sieht in einem im wesentlichen gleichzeitig oder anschließend an das Vermahlen stattfindenden zweiten Verfahrensschritt vor, eine Fraktion abzutrennen und der Weiterverwendung durchzuführen, wobei die darin enthaltenen Partikel eine Maximalgröße von 100 µm, bevorzugt kleiner als 50 µm, insbesondere eine Maximalgröße von 40 µm,

bevorzugt 35  $\mu\text{m}$  und besonders bevorzugt 30  $\mu\text{m}$  aufweisen. Sofern nach dem ersten Verfahrensschritt, also dem Vermahlen, das eingesetzte Edukt bereits vollständig die erforderliche Partikelgröße  $d_{90}$  ( $d_{90}$  = 90 % der Partikel mit erforderlichem Durchmesser) aufweist, kann auf die Abtrennung verzichtet und die erhaltene Pulver direkt dem dritten Verfahrensschritt zugeführt werden. Das Vermahlen und Abtrennen kann selbstverständlich gleichzeitig, zum Beispiel in einer Sichtertermühle beziehungsweise einer Kombination von Mühle und nachgeschaltetem Sieb, erfolgen.

Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung wird unter einem Partikeldurchmesser von maximal 100  $\mu\text{m}$ , 40  $\mu\text{m}$ , 35  $\mu\text{m}$  oder 30  $\mu\text{m}$  verstanden, daß mindestens 90 % der Partikel ( $d_{90}$ ) der gemahlenden Fraktion einen Durchmesser von maximal 100  $\mu\text{m}$ , 40  $\mu\text{m}$ , 35  $\mu\text{m}$  oder 30  $\mu\text{m}$  aufweisen.

In einem dritten Verfahrensschritt wird erfindungsgemäß vorgesehen, der abgetrennten gemahlenden Fraktion ein flüssiges Bindemittel zuzusetzen. In einer besonders bevorzugten Ausführungsform der Erfindung ist dieses flüssige Bindemittel eine, insbesondere wässrige, Lösung oder Suspension von Isomalt, einer Isomalt-Variante, ein Gemisch aus Gelatine und Fett, ein wasserlösliches Kolloid, wie Polyvinylpyrrolidon (zum Beispiel Kollidon® der Firma BASF), Stärke, Zucker wie Saccharose, Dextrose, Lactose, natürliche oder synthetische Gummis wie Gummi arabicum, Cellulose, Talkum, mikrokristalline Cellulose, polymerisierte reduzierende Zucker, Pektin, Konservierungsmittel, Agar Agar, Säuerungsmittel

tel, Inulin, Alkalicarboxymethylcellulose, HSH (hydrierte Stärkehydrolysate), Polydextrose in teilweise oder vollständig gereinigter und/oder in teilweise oder vollständig neutralisierter Form, Natriumcarboxymethylcellulose etc. Selbstverständlich sind auch andere Bindemittel einsetzbar, wobei es bevorzugt ist, physiologisch verträgliche und/oder nicht kariogene, brennwertreduzierte Bindemittel einzusetzen. In vorteilhafter Weise enthält das erfindungsgemäße Komprimat 0,5 bis 7 Gew.-% des Bindemittels beziehungsweise eine Kombination von Bindemitteln, vorzugsweise 2 bis 3 Gew.-%.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der Erfindung ist vorgesehen, daß das flüssige, also bevorzugt in Form einer wässrigen Lösung oder wässrigen Suspension vorliegende Bindemittel dem vermahlenden Edukt durch Sprühen über ein Düsensystem zugeführt wird.

Die Herstellung der sich nach dem Mischen des Edukts mit dem Bindemittel bildenden Agglomerate kann vorzugsweise in einem Wirbelschichtagglomerator, besonders bevorzugt in batchweiser Verfahrensdurchführung beziehungsweise in einer kontinuierlich arbeitenden Anlage, durchgeführt werden. Dabei ist es erfindungsgemäß bevorzugt, ein Wirbelbett bei einer Temperatur von 50° bis 70°C, insbesondere 60°C aufzubauen und bei Erreichen der gewünschten Temperatur auf circa 70° bis 80°C, vorzugsweise 75°C, also über Raumtemperatur erhitzte Bindemittel-Lösung oder Bindemittel-Suspension in das Wirbelbett einzusprühen. Die Temperatur des Bindemit-

tels ist je nach eingesetztem Bindemittel so zu wählen, daß das Bindemittel sprühfähig ist, das heißt, daß die Temperatur bei oder über dem Schmelzpunkt des Bindemittels liegt. Im Anschluß an die Agglomeration kann in einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der Erfindung vorgesehen sein, eine Trocknung durchzuführen, die in einer weiteren bevorzugten Ausführungsform bei konstanter Zulufttemperatur, zum Beispiel von 70° bis 90°C, besonders bevorzugt 80°C, durchgeführt wird. In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform kann vorgesehen sein, die Trocknung bis zu einer Ablufttemperatur von 50° bis 70°C, vorzugsweise 60°C, durchzuführen, wobei die Produktabkühlung vorzugsweise mit Außenluft geschieht.

Die Erfindung betrifft selbstverständlich auch die wie vorstehend hergestellten Agglomerate selbst.

Die Erfindung sieht in einer weiteren vorteilhaften Ausgestaltung der vorliegenden Lehre vor, nach der Zugabe des Bindemittels und dem Agglomerieren, aber vor dem Verpressen des Agglomerats, eine Größensfraktionierung, insbesondere eine Abtrennung von Überkorn und Stäuben, der agglomerierten Produkte durchzuführen. Dabei kann vorzugsweise eine Siebmachine mit einer Siebbelegung von beispielsweise 0,8 mm bis 0,1 mm vorgesehen sein.

In einem vierten Verfahrensschritt ist erfindungsgemäß vorgesehen, das agglomerierte und gegebenenfalls nach der Agglomeration fraktionierte Produkt direkt zu verpressen. Dabei kann vorgesehen sein, den Agglomeraten Hilfs- oder Zusatzstoffe, wie

Trenn- oder Gleitmittel, Wirkstoffe etc., hinzuzufügen. Derartige Stoffe können Süßstoffe, Aromen, Geschmacks- und Farbstoffe, lebensmittelverträgliche Säuren, Sprengmittel, Monosaccharide, Disaccharide, Monosaccharidalkohole, Disaccharidalkohole, Stärke, Stärkederivate, Pektin, Polyvinylpyrrolidon, Cellulose, Cellulosederivate, Stearinsäure oder deren Salze oder Inulin, Oligofructose beziehungsweise andere Produkte, zum Beispiel Functional Foods, die entsprechend ausgelobt werden können, sein. Den Agglomeraten können auch Sorbit, Mannit, hydrierte oder nicht-hydrierte Oligosaccharide, Xylit oder Zucker, wie Saccharose, Glucose, Lactose, Fructose oder Xylose, zugefügt werden. In vorteilhafter Weise liegt der Anteil dieser Stoffe, bezogen auf das Gesamttrockengewicht, bei einer Menge von gleich oder weniger als 30 Gew.-%, vorzugsweise weniger als 25, 20, 15, 10 oder 5 Gew.-%. Die genannten Hilfs- und Zusatzstoffe können selbstverständlich den Edukten auch schon beim Vermahlen zugefügt werden. In besonders vorteilhafter Ausführungsform sind die erfindungsgemäß hergestellten Komprimatate zuckerfrei. Die Komprimatate oder Agglomerate können auch in einer Ausführungsform Xylitfrei sein. In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform sind die erfindungsgemäßen Komprimatate brennwertreduziert, Diabetiker-geeignet, Blutfett-reduzierend, bifidogen und/oder zahnfreundlich.

Den Agglomeraten oder Edukten können ferner Intensiv-Süßstoffe, wie Dipeptid-Süßstoffe, Saccharin, Acesulfam-K, Aspartam, Cyclamat, Glycyrrhizin, Taumatin, Saccharin, Steveoside, Neohesperidin-Dihydrochalkon und/oder Sucralose zugefügt werden.

In vorteilhafter Weise enthalten die erfindungsgemäßen Komprimate zudem Geschmacks- oder Aromastoffe, wie Citronen- oder Pfefferminz-Aroma. Die erfindungsgemäßen Komprimate können auch lebensmittelverträgliche Säuren, wie Ascorbinsäure oder Citronensäure, sowie als Gleitmittel Fettsäuren oder deren Salze, wie Magnesiumstearat oder Natriumstearat, enthalten. Schließlich kann vorgesehen sein, daß in den erfindungsgemäßen Komprimaten Farbstoffe und/oder Sprengmittel, wie Bicarbonat oder Carboxymethylcellulose, enthalten sind.

In einer besonders bevorzugten Ausführungsform ist vorgesehen, Komprimate bereitzustellen, die pharmazeutisch aktive Wirkstoffe in den Mund- und Rachenraum bringen und dort freisetzen können. Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung sind unter pharmazeutisch aktiven Wirkstoffen Substanzen zu verstehen, die einen erwünschten prophylaktischen oder therapeutischen Effekt auf den menschlichen oder tierischen Körper haben. Diese Substanzen dienen also insbesondere der Prophylaxe oder Therapie von Mangelzuständen oder Krankheitsbildern. Erfindungsgemäß können beispielsweise Enzyme, Coenzyme, Mineralstoffe, Vitamine, Antibiotica, microbizid oder fungizid wirkende Stoffe, Nikotin, Coffein, Zink, Eukalyptus, Menthol, Codein, Phenacetin, Acetylsalicylsäure oder andere pharmazeutisch aktive Stoffe in die Komprimate eingeschlossen werden. Die pharmazeutisch aktiven Wirkstoffe sind in einer Menge vorzusehen, die den erwünschten pharmazeutischen Effekt bewirken. Die schonende Verarbeitbarkeit der Komprimate machen die erfindungsgemäßen Komprimate besonders geeignet, pharmazeutisch

aktive Wirkstoffe in den Mund- und Rachenraum zu verbringen.

Die Erfindung betrifft auch die mittels der vorgenannten Verfahren hergestellten Komprimata, insbesondere in Form von Lutsch-, Kau- oder Brause-tabletten.

Weitere vorteilhafte Ausgestaltungen der Erfindung ergeben sich aus den Unteransprüchen.

Die folgenden Beispiele erläutern die Erfindung in Einzelheiten.

Die Figuren zeigen:

Figur 1 einen Bruchkraftvergleich zwischen Komprimaten aus Isomalt ST (Typ FE, nicht agglomeriert), Isomalt ST (agglomeriert) und Isomalt GS (agglomeriert),

Figur 2 einen Bruchkraftvergleich zwischen Komprimaten aus Isomalt ST und Isomalt GS und

Figur 3 Bruchkraftangaben zu Isomaltulose-haltigen Komprimaten.

#### Beispiel 1: Herstellung von Komprimaten

Isomalt ST (Standard, nahezu äquimolares Gemisch aus 1,1-GPM und 1,6-GPS) wurde trocken bis zu einer  $d_{90} = 50 \mu\text{m}$  in einer Sichtertermühle vermahlen. Ebenso



wurde mit Isomalt GS (Zusammensetzung circa 76 % 1,6-GPS und 23 % 1,1-GPM) und Isomaltulose verfahren. Isomalt ST Typ FE (wie Isomalt ST, aber nicht agglomiert; 60 bis 300 µm Partikelgröße) diente als Kontrolle.

Zur Herstellung der Agglomerate wurde ein Wirbelschichtagglomerator im Batch-Verfahren verwendet, und zwar der Agglomerator STREA 7 der Firma Aeromatic. Die Versuchschargen betrugen jeweils 10 kg. Dabei wurde das gemahlene Schüttgut im Wirbelschichtagglomerator vorgelegt und ein Wirbelbett bei circa 60°C aufgebaut. Beim Erreichen dieser Temperatur wurde eine circa 75°C heiße Bindemittel-lösung in das Wirbelbett eingespritzt, wobei entweder 3 Gew.-% Kollidon 30 oder 0,8 Gew.-% Gelatine (130 Bloom) und 0,5 Gew.-% Fett eingesetzt wurden. Der eingesetzte Sprühdruk betrug zwischen 2,0 und 4,5 bar, wobei ein Vordruck von 0,4 bis 0,8 bar eingesetzt wurde. Anschließend wurden die gebildeten Agglomerate bei konstanter Zulufttemperatur von circa 80°C bis zu einer Ablufttemperatur von circa 60°C getrocknet, wobei die Produktabkühlung mit Außenluft erfolgt. Anschließend wurde mittels einer Taumelsiebmaschine mit einer Siebbelegung 0,8 mm bis 0,1 mm eine Größenfraktionierung durchgeführt. Dabei wurden Überkorn und Stäube abgetrennt. Agglomeratfraktionen mit einem Partikeldurchmesser von  $\geq 0,1$  mm bis  $\leq 0,8$  mm wurden dann weiterverwendet, um nach Zugabe von Aromen, Intensiv-Süßstoffen und Trennmitteln gemäß nachstehender Rezeptur die Komprimat zu pressen.

Rezeptur:

|                                     |         |
|-------------------------------------|---------|
| Isomalt, Isomalt-Variante (GS) oder |         |
| Isomaltulose-Agglomerat:            | 98,40 % |
| Mg-Stearat:                         | 0,50 %  |
| natürliches Citronenaroma           | 0,50 %  |
| Citronensäure (Mono.)               | 0,30 %  |
| Acesulfam-K                         | 0,15 %  |
| Aspartam                            | 0,15 %  |

Alle Angaben in Gew.-%, bezogen auf Gesamttrockengewicht des Komprimats.

Die nachfolgende Tabelle zeigt chemisch-physikalische Parameter der eingesetzten Komprimat-Mischungen auf.

| Rezeptur         | Wassergehalt | d05  | d95  | d <sub>50</sub> | n    | Schüttdichte      | Stampfdichte      | Rieselzeit |
|------------------|--------------|------|------|-----------------|------|-------------------|-------------------|------------|
|                  | %            | mm   | mm   | mm              |      | g/cm <sup>3</sup> | g/cm <sup>3</sup> | s          |
| Isomalt ST (K)   | 4,1          | 0,53 | 0,07 | 0,31            | 2,01 | 0,44              | 0,45              | 23,0       |
| Isomalt ST(G-F)  | 3,9          | 0,53 | 0,06 | 0,3             | 1,88 | 0,51              | 0,52              | 24,7       |
| Isomalt GS (K)   | 1,9          | 0,53 | 0,06 | 0,3             | 1,92 | 0,42              | 0,42              | 24,6       |
| Isomalt GS(G-F)  | 1,4          | 0,7  | 0,09 | 0,4             | 1,94 | 0,53              | 0,54              | 18,9       |
| Isomaltulose (K) | 5,1          | 0,53 | 0,04 | 0,26            | 1,55 | 0,44              | 0,45              | 22,8       |

Tabelle (K: Kollidon 30; G-F: Gelatine-Fett)

Bestimmung der Rieselfähigkeit und der Rieselzeit  
nach DIN 53194 und DIN 53492

Art der Düse zur Bestimmung der Rieselfähigkeit:  
10 mm Durchmesser

Bestimmung der Schütt- und Stampfdichtigkeit nach  
DIN 53194

Die vorgenannten Mischungen für die Komprimat-Versuche wurden im Pflugscharmischer der Firma Lödige hergestellt. Die Mischzeit lag bei 1,5 min. Die Zudosierung der Einzelkomponenten erfolgte über eine Öffnung in der Deckelklappe des Mixers. Nach Beendigung des Mischvorganges wurden die Mischungen in PE-Säcken von je 5 kg abgefüllt und verschweißt.

Anschließend wurden mit den so erhaltenen Mischungen mittels einer FETTE PT 2090 Rundläuferpresse runde Tabletten mit einem Durchmesser von 18 mm und Facette, einer Steghöhe von 0,35 bis 0,37 mm und einem Gewicht zwischen 850 mg bis 1000 mg hergestellt.

#### Beispiel 2: Bruchkraftvergleiche

Die Figur 1 zeigt einen Bruchkraftvergleich zwischen Komprimaten aus agglomeriertem Isomalt ST (K und G-F) und agglomeriertem Isomalt GS (K und G-F). Als Vergleich ist auch ein Komprimat aus Isomalt ST Typ FE dargestellt, hergestellt aus einer

Fraktion von Partikeln mit einem Partikeldurchmesser von 60 bis 300  $\mu\text{m}$ . Die erfindungsgemäßen Komprimata wurden mit einer Preßkraft von nur 40 kN hergestellt, weisen jedoch eine extrem hohe Bruchkraft auf. (Die Abkürzungen in den Figuren bedeuten: K 30: Kollidon 30; GF: Gelatine-Fett).

Figur 2 zeigt einen Bruchkraftvergleich zwischen Isomalt ST und Isomalt GS, beide in agglomerierter Form. Es zeigt sich, daß sich zwischen diesen beiden Isomalt-Formen kein signifikanter Unterschied ergibt. Bei einer sensorischen Beurteilung wurde das Ablutschverhalten der GS-Variante als geringfügig besser beurteilt.

Die Figur 3 vergleicht auf der Basis von Isomaltulose (gleich Palatinose) hergestellte Komprimata. Dargestellt sind Preßkraft, Bruchkraft und Sensorik von Isomaltulose-Komprimaten, hergestellt aus einer Fraktion mit einer Partikelgröße von 100  $\mu\text{m}$  und Kollidon 30. Die Verwendung einer Fraktion mit Partikeln eines Durchmessers  $\leq 100 \mu\text{m}$ , bevorzugt  $\leq 50 \mu\text{m}$ , insbesondere  $\leq 30 \mu\text{m}$ , ist bei Isomaltulose besonders wichtig, da Isomaltulose-Fractionen mit Partikelgrößen  $> 100 \mu\text{m}$  beim Komprimieren stark zu einer spürbar rauhen Oberfläche neigen.

Die vorstehenden Ergebnisse zeigen, daß die erfindungsgemäß vorgegebene Agglomeration dazu führt, daß deutlich niedrigere Preßkräfte als im Stand der Technik verwendet werden können, um Tabletten mit ausreichender Bruchkraft zu erhalten. Die Mischung mit den so hergestellten Agglomeraten führt zu einer verbesserten Fließfähigkeit und einem gerin-

geren Staubanteil, was zu einer besseren Verarbeitbarkeit und zur Verringerung des Maschinenverschleisses sowie einer Erhöhung der Tablettierleistung führt.

Ansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines Komprimates aus Isomaltulose, Isomalt oder Isomalt-Varianten, wobei

- a) die Isomaltulose, das Isomalt und/oder die Isomalt-Variante trocken gemahlen,
- b) gleichzeitig oder danach eine gemahlene Fraktion der Isomaltulose, des Isomalts oder der Isomalt-Variante mit einem Partikeldurchmesser von maximal 100 µm erhalten oder abgetrennt,
- c) die gemahlene Fraktion unter Zusatz eines flüssigen Bindemittel agglomeriert und
- d) anschließend zu einem Komprimat verpreßt wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, wobei der Partikeldurchmesser  $\leq 50$  µm beträgt.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, wobei der Partikeldurchmesser  $\leq 30$  µm beträgt.

4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Vermahlung in einer Sichter-mühle oder in einer Kombination von Mühle und nachgeschaltetem Sieb erfolgt.

5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei beim Vermahlen Hilfs- oder Zusatzstoffe eingebracht werden.

6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei das flüssige Bindemittel eine Lösung oder Suspension von Isomalt, einer Isomalt-Variante, Fett und Gelatine oder Kollidon ist.

7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei das flüssige Bindemittel mittels Sprühen der abgetrennten gemahlenen Fraktion zugeführt wird.

8. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei das flüssige Bindemittel über eine Düse der abgetrennten gemahlenen Fraktion zugeführt wird.

9. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Agglomeration in einem Wirbelschichtagglomerator satzweise oder in einer kontinuierlich arbeitenden Anlage durchgeführt wird.

10. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei das flüssige Bindemittel in über Raumtemperatur liegender erhitzter Form der abgetrennten gemahlenen Fraktion zugeführt wird.

11. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei dem Agglomerat nach Zugabe des flüssigen Bindemittels und vor dem Verpressen Hilfsstoffe und/oder Aromen hinzugefügt werden.

12. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei nach Zugabe des flüssigen Bindemittels und vor dem Verpressen eine Größenfraktionierung des Agglomerats durchgeführt wird.

13. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Größenfraktionierung des Agglomerats nach Anspruch 12 in einer Siebmaschine durchgeführt wird.

14. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei im Anschluß an die Agglomeration das Agglomerat getrocknet wird.

15. Komprimat, herstellbar nach einem der vorhergehenden Ansprüche.

16. Agglomerat, herstellbar nach den Verfahrensschritten a) bis c) nach einem der Ansprüche 1 bis 14.



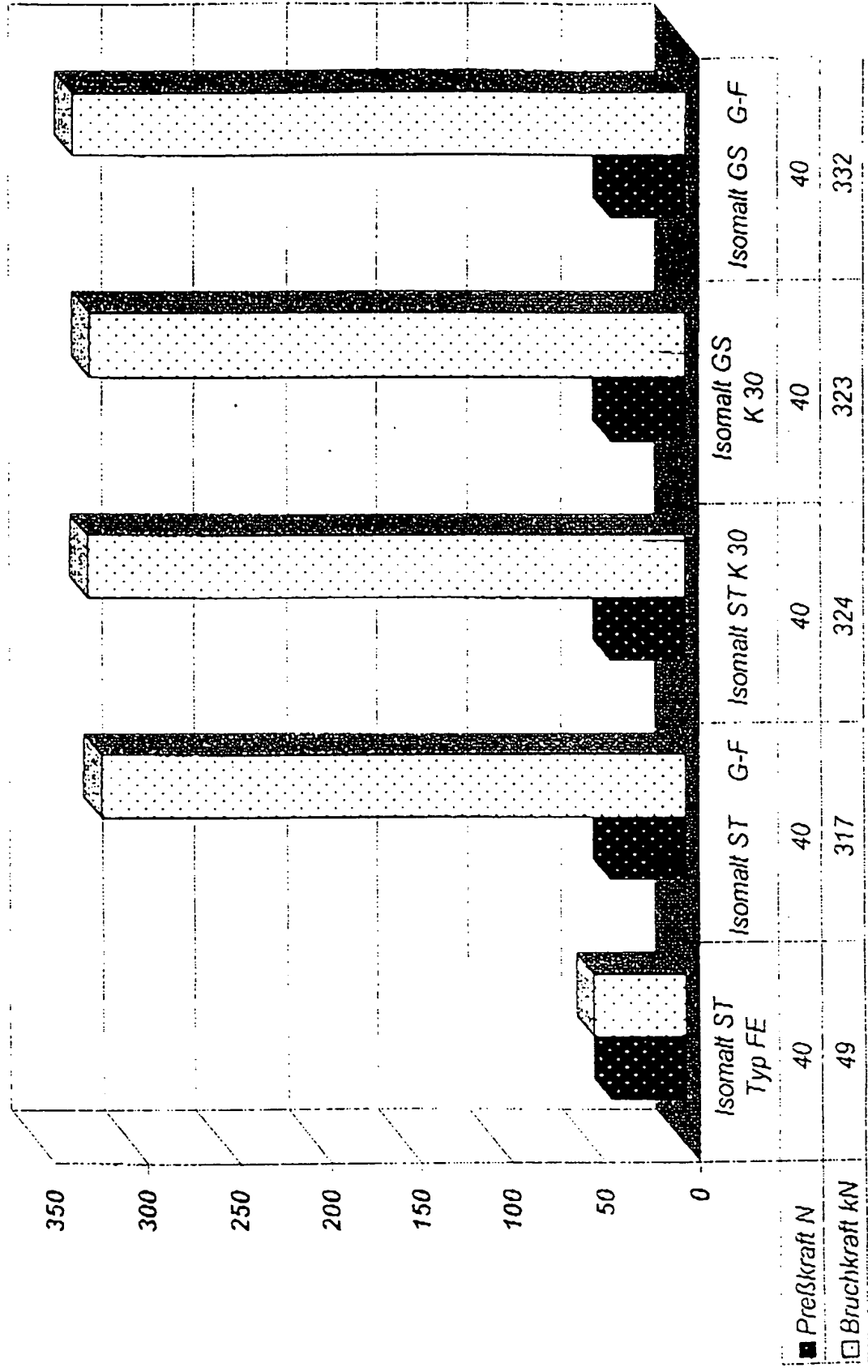
# Gleiss & Große

Patentanwälte Rechtsanwälte  
München Stuttgart

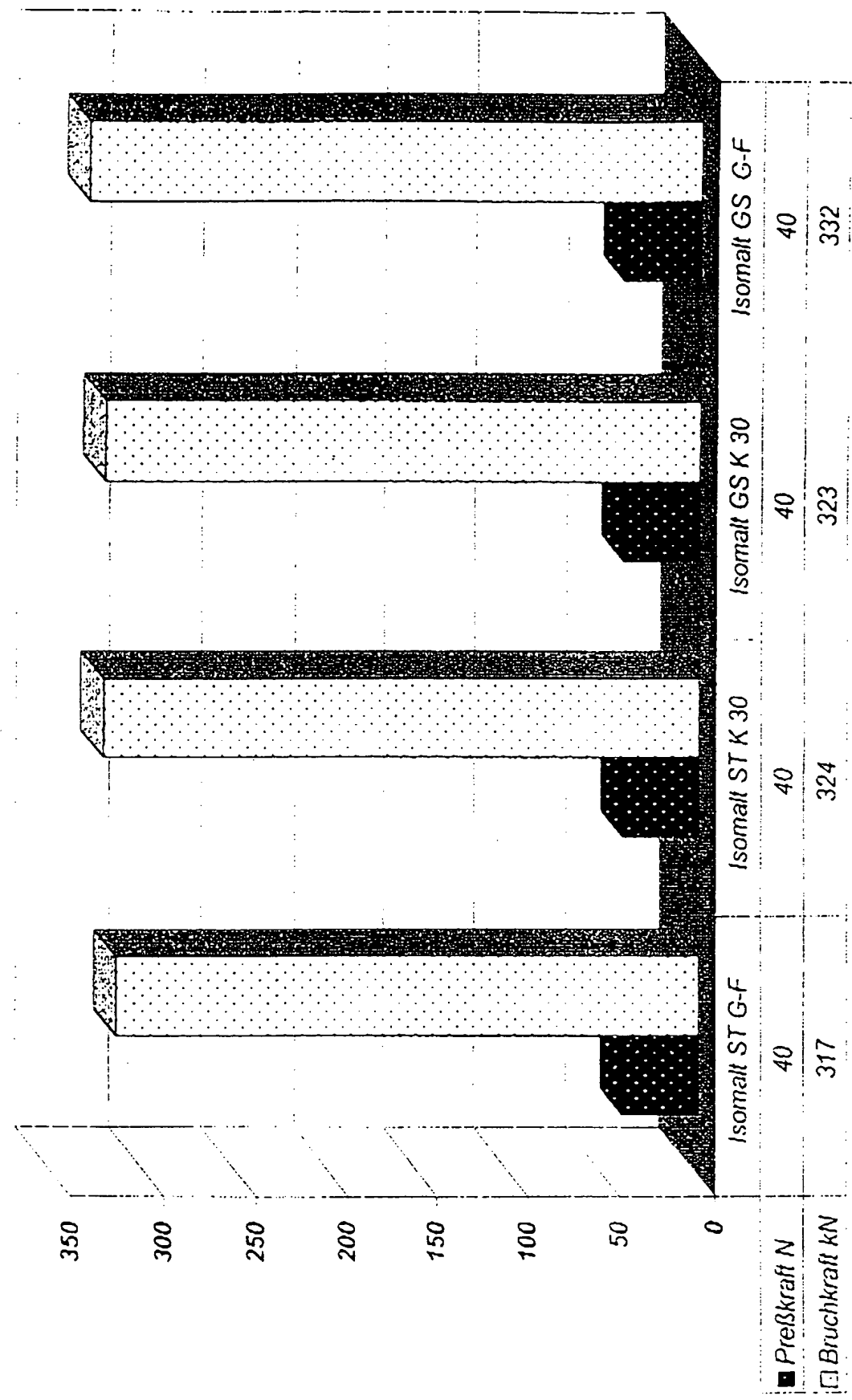
## Zusammenfassung

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines verbesserten Komprimates, wobei eine Agglomeration der beteiligten Komponenten herbeigeführt wird. Die Erfindung betrifft auch ein mittels dieses Verfahrens hergestelltes Komprimat.

# Bruchkraftvergleich (Figur 1)



Bruchkraftvergleich (Figur 2)



(Figur 3)  
 Palatinose (Preßkraft [kN], Bruchkraft [N],  
 Sensorik: 1 = raue Oberfläche, 2 = glatte Oberfläche und  
 3 = sehr glatte Oberfläche

